

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

016084954 **Image available**

WPI Acc No: 2004-242829/200423

XRAM Acc No: C04-095418

XRPX Acc No: N04-192526

New metal coordination compound for use as luminescent material for light emitting element used for display device

Patent Assignee: CANON KK (CANO)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 2003342284	A	20031203	JP 2002156586	A	20020530	200423 B

Priority Applications (No Type Date): JP 2002156586 A 20020530

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 2003342284	A	17	C07F-015/00	

Abstract (Basic): JP 2003342284 A

NOVELTY - A metal coordination compound (I), is new.

DETAILED DESCRIPTION - A metal coordination compound of formula

$ML_mL'n$ (I) is new.

M=metal atom of iridium or platinum;

L, L'=different bidentate ligands;

m=1, 2 or 3;

n=0, 1 or 2;

m+n=2 or 3;

partial structure ML_m =formula (2); and

partial structure $ML'n$ =formula (3) or (4).

N and C=nitrogen and carbon atoms;

X and X'=optionally substituted cyclic groups bonded to metal atom via nitrogen;

Y=optionally substituted cyclic group bonded to metal atom via carbon atom;

Z=optionally substituted cyclic group;

A=CR, N, B or SiR';

R and R'=H or optionally substituted aryl or 1-20C alkyl;

E=a bond or a linking group;

G, G'=optionally substituted alkyl or aryl; and

J=as G, or preferably hydrogen.

Adjoining substituents may form a ring. X and Y, and X and Z are groups bonded according to covalent bond via A atom or A atom group; and Y and Z are groups bonded according to covalent bond via E atom or E atom group.

INDEPENDENT CLAIMS are included for the following:

(a) light emitting element having an organic compound layer

containing the metal coordination compound; and

(b) display device having a portion which drives the light emitting element, and the light emitting element.

USE - For light emitting element used for display device (claimed).

As luminescent material.

ADVANTAGE - The light emitting element utilizing the metal coordination compound, has high efficiency light-emission property and high intensity for long period of time.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows the model of light emitting element. (Drawing includes non-English language text).

metal electrode (11)

light emitting layer (12)

hole carrying layer (13)

transparent electrode (14)

electron carrying layer (16)

pp; 17 DwgNo 1/6

Title Terms: NEW; METAL; COORDINATE; COMPOUND; LUMINESCENT; MATERIAL; LIGHT
; EMIT; ELEMENT; DISPLAY; DEVICE

Derwent Class: E12; E23; L03; U11

International Patent Class (Main): C07F-015/00

International Patent Class (Additional): C09K-011/06; H05B-033/14

File Segment: CPI; EPI

DIALOG(R)File 347:JAPIO

(c) 2004 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

07847668 **Image available**

METAL COORDINATION COMPOUND, LIGHT-GENERATING ELEMENT AND DISPLAY DEVICE

PUB. NO.: 2003-342284 [JP 2003342284 A]

PUBLISHED: December 03, 2003 (20031203)

INVENTOR(s): IGAWA SATOSHI

 TAKIGUCHI TAKAO

 KAMATANI ATSUSHI

 OKADA SHINJIRO

 TSUBOYAMA AKIRA

 MIURA KIYOSHI

 MORIYAMA TAKASHI

 IWAWAKI HIRONOBU

APPLICANT(s): CANON INC

APPL. NO.: 2002-156586 [JP 2002156586]

FILED: May 30, 2002 (20020530)

INTL CLASS: C07F-015/00; C09K-011/06; H05B-033/14

ABSTRACT

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a new light-generating material, and to provide a light- generating element and a display device each having a high efficiency light generation, keeping a high brightness for a long time and capable of generating a long wave length light by using the same.

SOLUTION: A metal coordination compound is expressed by the formula (1): $ML_mL'_n$ (wherein, M is Ir or Pt metal atom; L, L' are different bidentate ligands; (m) is 1, 2 or 3; (n) is 0, 1 or 2, provided that (m+n) is 2 or 3; the partial structure ML_m is expressed by formula (2); and the partial structure ML'_n is expressed by formula (3) or (4) [wherein, X, X' are each a cyclic group which may have a substituent bonded to the metal atom M through N; Y is a cyclic group which may have a substituent bonded to the metal atom M through C; Z is a cyclic group which may have a substituent; A is an alkyl, N, or the like; E is a single bond, an alkylene, or the like; and G, G' and J are each H, an alkyl, or the like].

COPYRIGHT: (C) 2004, JPO

?

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコード (参考)
C07F 15/00		C07F 15/00	E 3K007
C09K 11/06	660	C09K 11/06	660 4H050
H05B 33/14		H05B 33/14	B

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全17頁)

(21) 出願番号	特願2002-156586(P 2002-156586)	(71) 出願人	000001007 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(22) 出願日	平成14年5月30日(2002.5.30)	(72) 発明者	井川 悟史 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
		(72) 発明者	滝口 隆雄 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
		(74) 代理人	100096828 弁理士 渡辺 敬介 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属配位化合物、発光素子及び表示装置

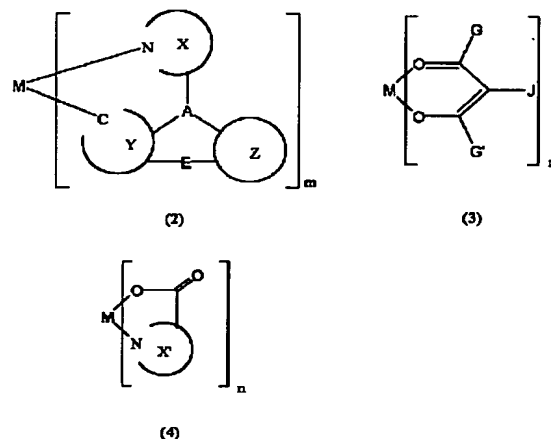
(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 新規な発光材料を提供し、それによって高効率発光で、長い期間高輝度を保ち、長波長化が可能な発光素子及び表示装置を提供する。

【解決手段】 一般式(1)で示されることを特徴とする金属配位化合物。

$$ML_mL'_n \quad (1)$$

〔式中MはIrまたはPtの金属原子であり、LおよびL'は互いに異なる二座配位子を示す。mは1または2または3であり、nは0または1または2である。ただし、m+nは2または3である。部分構造ML_mは一般式(2)で示され、部分構造ML'_nは一般式(3)または(4)で示される。



X及びX'は、Nを介して金属原子Mに結合した置換基を有していてもよい環状基、YはCを介して金属原子Mに結合した置換基を有していてもよい環状基、Zは置換基を有していてもよい環状基、Aはアルキル基、窒素等、Eは単結合、アルキレン基等、G、G'及びJは水素原子、アルキル基等である。]

1

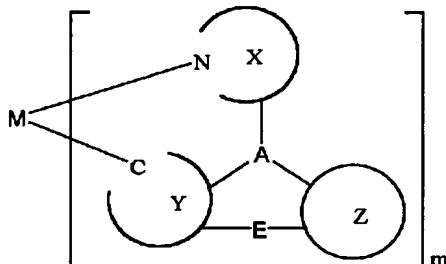
2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(1)で示されることを特徴とする金属配位化合物。

ML_mL' (1)

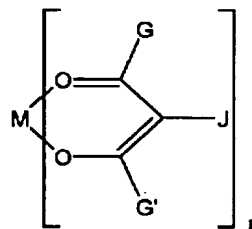
〔式中MはIrまたはPtの金属原子であり、LおよびL'は互いに異なる二座配位子を示す。mは1または2



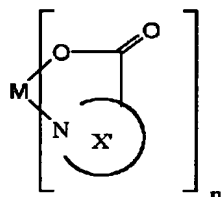
(2)

または3であり、nは0または1または2である。ただし、m+nは2または3である。部分構造ML_mは下記一般式(2)で示され、部分構造ML'は下記一般式(3)または(4)で示される。

【化1】



(3)



(4)

NとCは、窒素および炭素原子である。X及びX'は窒素原子を介して金属原子Mに結合した置換基を有していてもよい環状基であり、Yは炭素原子を介して金属原子Mに結合した置換基を有していてもよい環状基であり、Zは置換基を有していてもよい環状基である。これら環状基の置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、ジ置換アミノ基〔該置換基はそれぞれ独立して置換基を有していてもよいフェニル基、ナフチル基（該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。〕、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基〔該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上のメチレン基は置換基を有していてもよい2価の芳香環基（該置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原

子はフッ素原子に置換されていてもよい。）を示す。）で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。〕、置換基を有していてもよいアリール基（該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）から選ばれる。また、隣接する置換基は結合して環構造を形成してもよい。XとY、XとZは、A原子またはA原子団を介した共有結合によって結合している。Aは、CR、N、B、SiR'であり、R、R'は、水素原子、置換基を有していてもよいアリール基（該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）、または炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基〔該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上のメチレン基は置換基を有していてもよい2価の芳香環基（該置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-C

30

40

50

$\text{O}-\text{O}-$ 、 $-\text{O}-\text{CO}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)を示す。)で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)から選ばれる。YとZは、E原子またはE原子団を介した共有結合によって結合している。Eは、単結合または炭素原子数1から4の直鎖状または分岐状アルキレン基(該アルキレン基中の1つのメチレン基は $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CO}-\text{O}-$ 、 $-\text{O}-\text{CO}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ で置き換えられていてもよく、該アルキレン基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)から選ばれる。G、G'およびJはそれぞれ独立して炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基〔該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CO}-\text{O}-$ 、 $-\text{O}-\text{CO}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上のメチレン基は置換基を有していてもよい2価の芳香環基(該置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、トリアルキルシリル基(該アルキル基はそれぞれ独立して炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基である。)、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基(該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CO}-\text{O}-$ 、 $-\text{O}-\text{CO}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい)

い。)を示す。また、隣接する置換基は結合して環構造を形成してもよい。)で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。〕、ジ置換アミノ基〔該置換基はそれぞれ独立して置換基を有していてもよいフェニル基、ナフチル基(該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基である。))または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。〕、置換基を有していてもよいアリール基(該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)から選ばれる。また、Jは水素原子であってもよい。]

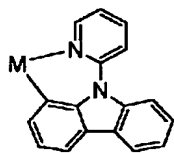
【請求項2】 前記一般式(1)においてnが0であることを特徴とする請求項1に記載の金属配位化合物。

【請求項3】 前記一般式(1)において部分構造M L'。が前記一般式(3)で示されることを特徴とする請求項1に記載の金属配位化合物。

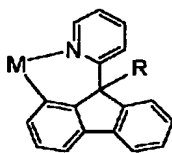
【請求項4】 前記一般式(1)において部分構造M L'。が前記一般式(4)で示されることを特徴とする請求項1に記載の金属配位化合物。

【請求項5】 前記一般式(1)において、前記一般式(2)で示される部分構造M L'。が、下記一般式(5)～(9)から選ばれることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の金属配位化合物。

【化2】



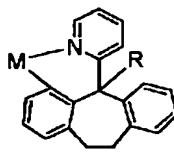
(5)



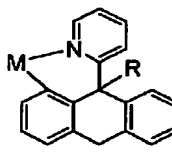
(6)



(7)



(8)



(9)

[環状基は置換基を有してもよく、これらの置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、ジ置換アミノ基〔該置換基はそれぞれ独立して置換基を有していてもよいフェニル基、ナフチル基(該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ

素原子に置換されていてもよい。〕、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基〔該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{CO}-\text{O}-$ 、 $-\text{O}-\text{CO}-$ 、 $-\text{CH}=\text{CH}-$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上のメチレン基は置換基を有していてもよい2価の芳香環基(該置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基(該ア

ルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は $-O-$ 、 $-S-$ 、 $-CO-$ 、 $-CO-O-$ 、 $-O-CO-$ 、 $-CH=CH-$ 、 $-C\equiv C-$ で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)を示す。)で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)、置換基を有していてもよいアリール基(該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)から選ばれる。また、隣接する置換基は結合して環構造を形成してもよい。]

【請求項6】 請求項1～5のいずれかに記載の金属配位化合物を含む有機化合物層を有することを特徴とする発光素子。

【請求項7】 前記金属配位化合物を含む有機化合物層が、対向する2つの電極に挟持され、該電極間に電圧を印加することにより発光する電界発光素子であることを特徴とする請求項6に記載の発光素子。

【請求項8】 請求項6または7に記載の発光素子と該発光素子を駆動する部分を有することを特徴とする表示装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、金属配位化合物、及び該金属配位化合物を用いた発光素子に関するものであり、さらに詳しくは金属配位化合物を発光材料として用いる有機エレクトロルミネッセンス素子(有機EL素子)に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 有機EL素子は、高速応答性や高効率の発光素子として、応用研究が精力的に行われている。その基本的な構成を図1(a)・(b)に示した[例えばMacromol. Symp. 125, 1~48(1997)参照]。

【0003】 図1に示したように、一般に有機EL素子は透明基板15上に透明電極14と金属電極11の間に複数層の有機膜層から構成される。

【0004】 図1(a)では、有機層が発光層12とホール輸送層13からなる。透明電極14としては、仕事関数が高いITOなどが用いられ、透明電極14からホール輸送層13への良好なホール注入特性を持たせている。金属電極11としては、アルミニウム、マグネシウムあるいはそれらを用いた合金などの仕事関数の小さな金属材料を用い有機層への良好な電子注入性を持たせる。これら電極には、50~200nmの膜厚が用いられる。

【0005】 発光層12には、電子輸送性と発光特性を有するアルミキノリノール錯体など(代表例は、化3に

示すAlq3)が用いられる。また、ホール輸送層13には、例えばビフェニルジアミン誘導体(代表例は、化3に示す α -NPD)など電子供与性を有する材料が用いられる。

【0006】 以上の構成した素子は整流性を示し、金属電極11を陰極に透明電極14を陽極になるように電界を印加すると、金属電極11から電子が発光層12に注入され、透明電極15からはホールが注入される。

【0007】 注入されたホールと電子は発光層12内で再結合により励起子が生じ発光する。この時ホール輸送層13は電子のブロッキング層の役割を果たし、発光層12/ホール輸送層13界面の再結合効率が上がり、発光効率が上がる。

【0008】 さらに、図1(b)では、図1(a)の金属電極11と発光層12の間に、電子輸送層16が設けられている。発光と電子・ホール輸送を分離して、より効果的なキャリアブロッキング構成にすることで、効率的な発光を行うことができる。電子輸送層16としては、例えば、オキサジアゾール誘導体などを用いることができる。

【0009】 これまで、一般に有機EL素子に用いられている発光は、発光中心の分子の一重項励起子から基底状態になるときの蛍光が取り出されている。一方、一重項励起子を經由した蛍光発光を利用するのではなく、三重項励起子を經由したりん光発光を利用する素子の検討がなされている。発表されている代表的な文献は、文献1: Improved energy transfer in electrophosphorescent device (D. F. O' Brienら、Applied Physics Letters Vol 74, No3 p422(1999))、文献2: Very high-efficiency green organic light-emitting devices based on electrophosphorescence (M. A. Baldoら、Applied Physics Letters Vol 75, No1 p4(1999))である。

【0010】 これらの文献では、図1(c)に示す有機層が4層構成が主に用いられている。それは、陽極側からホール輸送層13、発光層12、励起子拡散防止層17、電子輸送層16からなる。用いられている材料は、化3に示すキャリア輸送材料とりん光発光性材料である。各材料の略称は以下の通りである。

Alq3: アルミキノリノール錯体

α -NPD: N4, N4'-Dinaphthalen-1-yl-N4, N4'-diphenyl-biphenyl-4, 4'-diamine

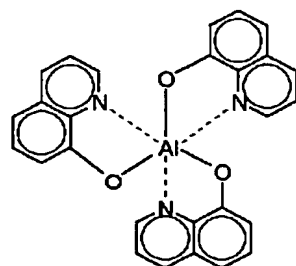
CBP: 4, 4'-N, N'-dicarbazole-biphenyl

BCP: 2, 9-dimethyl-4, 7-diph

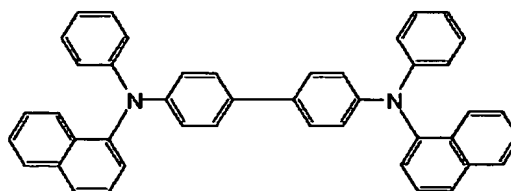
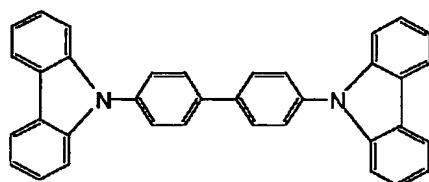
7
enyl-1, 10-phenanthroline
Ir(ppy)₃: イリジウム-フェニルピリジン錯体

【0011】

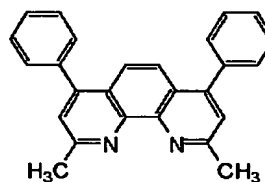
【化3】



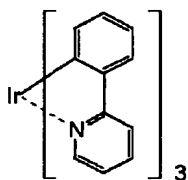
Alq3

 α -NPD

CBP



BCP

Ir(ppy)₃

【0012】文献1, 2とも高効率が得られたのは、ホール輸送層13に α -NPD、電子輸送層16にAlq3、励起子拡散防止層17にBCP、発光層12にCBPをホスト材料として、6%程度の濃度で、りん光発光性材料であるPtOEPまたはIr(ppy)₃を混入して構成したものである。

【0013】りん光性発光材料が特に注目されている理由は、原理的に高発光効率が期待できるからである。その理由は、キャリア再結合により生成される励起子は1重項励起子と3重項励起子からなり、その確率は1:3である。これまでの有機EL素子は、1重項励起子から基底状態に移移する際の蛍光を発光として取り出していたが、原理的にその発光収率は生成された励起子数に対して、25%でありこれが原理的上限であった。しかし、3重項から発生する励起子からのりん光を用いれば、原理的に少なくとも3倍の収率が期待され、さらに、エネルギー的に高い1重項からの3重項への項間交差による転移を考え合わせれば、原理的には4倍の100%の発光収率が期待できる。

【0014】他に、三重項からの発光を要した文献には、特開平11-329739号公報（有機EL素子及びその製造方法）、特開平11-256148号公報

8-319482号公報（有機エレクトロルミネッセント素子）等がある。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】上記、りん光発光を用いた有機EL素子では、特に発光効率と素子安定性が問題となる。りん光発光素子の発光劣化の原因は明らかではないが、一般に3重項寿命が1重項寿命より、3桁以上長いために、分子がエネルギーの高い状態に長く置かれるため、周辺物質との反応、励起多量体の形成、分子微細構造の変化、周辺物質の構造変化などが起こるのではないかと考えられている。

【0016】りん光発光素子に用いる、発光中心材料には、高効率発光でかつ、安定性の高い化合物が望まれている。

【0017】そこで、本発明は、新規な発光材料を提供し、それによって高効率発光で、長い期間高輝度を保ち、長波長化が可能な発光素子及び表示装置を提供することを目的とする。

【0018】

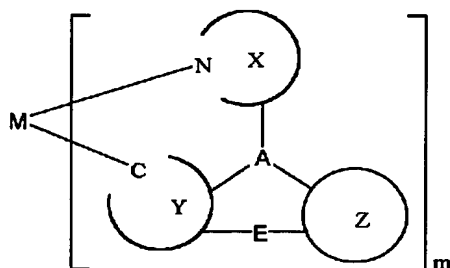
【課題を解決するための手段】即ち、本発明の金属配位化合物は、下記一般式(1)で示されることを特徴とする。

ML₂L'。 (1)

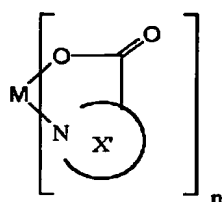
(発光材料およびこれを用いた有機EL素子)、特開平 50

9

【式中MはIrまたはPtの金属原子であり、LおよびL'は互いに異なる二座配位子を示す。mは1または2または3であり、nは0または1または2である。ただし、m+nは2または3である。部分構造ML_mは下記



(2)



(4)

【0020】NとCは、窒素および炭素原子である。

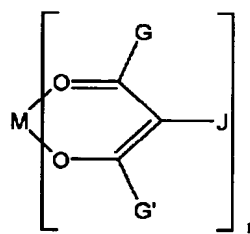
【0021】X及びX'は窒素原子を介して金属原子Mに結合した置換基を有しているもよい環状基であり、Yは炭素原子を介して金属原子Mに結合した置換基を有しているもよい環状基であり、Zは置換基を有しているもよい環状基である。これら環状基の置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、ジ置換アミノ基（該置換基はそれぞれ独立して置換基を有しているもよいフェニル基、ナフチル基（該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。））、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上のメチレン基は置換基を有しているもよい2価の芳香環基（該置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）を示す。）で置き換えられていて

10

一般式(2)で示され、部分構造ML'は下記一般式(3)または(4)で示される。

【0019】

【化4】



(3)

もよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）、置換基を有しているもよいアリール基（該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。）から選ばれる。また、隣接する置換基は結合して環構造を形成してもよい。

【0022】XとY、XとZは、A原子またはA原子団を介した共有結合によって結合している。

【0023】Aは、CR、N、B、SiR'であり、R、R'は、水素原子、置換基を有しているもよいアリール基（該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。））、または炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上のメチレン基は置換基を有しているもよい2価の芳香環基（該置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基（該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原

30

40

50

子はフッ素原子に置換されていてもよい。)を示す。)で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)から選ばれる。

【0024】YとZは、E原子またはE原子団を介した共有結合によって結合している。

【0025】Eは、単結合または炭素原子数1から4の直鎖状または分岐状アルキレン基(該アルキレン基中の1つのメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキレン基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)から選ばれる。

【0026】G、G'およびJはそれぞれ独立して炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基(該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上のメチレン基は置換基を有していてもよい2価の芳香環基(該置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、トリアルキルシリル基(該アルキル基はそれぞれ独立して炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基である。)、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基(該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH

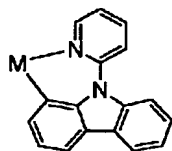
-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)を示す。また、隣接する置換基は結合して環構造を形成してもよい。)で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)、ジ置換アミノ基(該置換基はそれぞれ独立して置換基を有していてもよいフェニル基、ナフチル基(該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基である。))または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)、置換基を有していてもよいアリール基(該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)から選ばれる。また、Jは水素原子であってもよい。]

【0027】本発明の金属配位化合物は、前記一般式(1)においてnが0であること、前記一般式(1)において部分構造ML'。が前記一般式(3)で示されること、前記一般式(1)において部分構造ML'。が前記一般式(4)で示されることが好ましい。

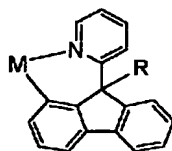
【0028】また、前記一般式(1)において、前記一般式(2)で示される部分構造ML。が、下記一般式(5)~(9)から選ばれることが好ましい。

【0029】

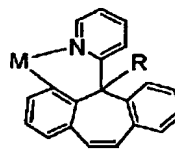
【化5】



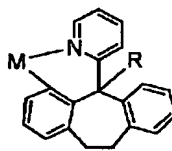
(5)



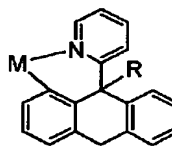
(6)



(7)



(8)



(9)

【0030】[環状基は置換基を有してもよく、これらの置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、ジ置換アミノ基(該置換基はそれぞれ独立して置換基を有していてもよいフェニル基、ナフチル基(該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。))または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)、炭素

原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基(該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-CO-O-、-O-CO-、-CH=CH-、-C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の1つもしくは2つ以上のメチレン基は置換基を有していてもよい2価の芳香環基(該置換基はハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、炭素原子数1から20の直鎖状または分岐状のアルキル基(該アルキル基中の1つもしくは隣接しない2つ以上のメチレン基は-O-、-S-、-CO-、-C

〇-〇-, -〇-C〇-, -CH=CH-, -C≡C-で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)を示す。)で置き換えられていてもよく、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)、置換基を有していてもよいアリール基(該置換基はハロゲン原子、メチル基またはトリフルオロメチル基または炭素原子数1から8の直鎖状または分岐状のアルキル基であり、該アルキル基中の水素原子はフッ素原子に置換されていてもよい。)から選ばれる。また、隣接する置換基は結合して環構造を形成してもよい。]

【0031】本発明の発光素子は、上記金属配位化合物を含む有機化合物層を有することを特徴とし、前記金属配位化合物を含む有機化合物層が、対向する2つの電極に挟持され、該電極間に電圧を印加することにより発光する電界発光素子であることが好ましい。

【0032】更に、本発明の表示装置は、上記発光素子を表示素子と該発光素子を駆動する部分を有することを特徴とする。

【0033】

【発明の実施の形態】発光層が、キャリア輸送性のホスト材料とりん光発光性のゲストからなる場合、3重項励起子からのりん光発光にいたる主な過程は、以下のいくつかの過程からなる。

1. 発光層内での電子・ホール輸送
2. ホストの励起子生成
3. ホスト分子間の励起エネルギー伝達
4. ホストからゲストへの励起エネルギー移動
5. ゲストの三重項励起子生成
6. ゲストの三重項励起子→基底状態時のりん光発光

【0034】それぞれの過程における所望のエネルギー移動や、発光はさまざまな失活過程と競争でおこる。

【0035】EL素子の発光効率を高めるためには、発光中心材料そのものの発光量子収率が大きいことは言うまでもない。しかしながら、ホスト-ホスト間、あるいはホスト-ゲスト間のエネルギー移動が如何に効率的にできるかも大きな問題となる。また、通電による発光劣化は今のところ原因は明らかではないが、少なくとも発光中心材料そのもの、または、その周辺分子による発光材料の環境変化に関連したものと想定される。

【0036】そこで本発明者らは種々の検討を行い、前記一般式(1)で示される金属配位化合物を発光中心材料に用いた有機エレクトロルミネッセント素子が高効率発光し、長い期間高輝度を保ち、通電劣化が小さいことを見出した。

【0037】前記一般式(1)で示される金属配位化合物のうち、nが0である場合、部分構造ML'。が前記一般式(3)で示される場合、あるいは部分構造ML'。が前記一般式(4)で示される場合が好ましい。また、前記一般式(2)で示される部分構造ML。が、前

記一般式(5)~(9)から選ばれることが好ましい。

【0038】本発明に用いた金属配位化合物は、りん光性発光をするものであり、最低励起状態が、3重項状態のMLCT* (Metal-to-Ligand charge transfer) 励起状態あるいはπ-π* 励起状態であると考えられる。これらの状態から基底状態に遷移するときりん光発光が生じる。

【0039】本発明の発光材料のりん光収率は、0.01以上の高い値が得られ、りん光寿命は0.1~100 μsecと短寿命であった。りん光寿命が短いことは、EL素子にしたときに高発光効率化の条件となる。すなわち、りん光寿命が長いと、発光待ち状態の3重項励起状態の分子が多くなり、特に高電流密度時に発光効率が低下すると言う問題があった。本発明の材料は、高りん光発光収率を有し、短りん光寿命をもつEL素子の発光材料に適した材料である。実際に、通電試験においても本発明の発光材料を用いると高い安定性をしめした。

【0040】本発明の発光素子は、一般式(1)で示される金属配位化合物を含む有機化合物層を有し、図1に示す様に、該金属配位化合物を含む層が、対向する2つの電極に挟持され、該電極間に電圧を印加することにより発光する電界発光素子であることが好ましい。

【0041】本発明で示した高効率な発光素子は、省エネルギーや高輝度が必要な製品に応用が可能である。応用例としては表示装置・照明装置やプリンターの光源、液晶表示装置のバックライトなどが考えられる。表示装置としては、省エネルギーや高視認性・軽量のフラットパネルディスプレイが可能となる。また、プリンターの光源としては、現在広く用いられているレーザービームプリンタのレーザー光源部を、本発明の発光素子に置き換えることができる。独立にアドレスできる素子をアレイ上に配置し、感光ドラムに所望の露光を行うことで、画像形成する。本発明の素子を用いることで、装置体積を大幅に減少することができる。照明装置やバックライトに関しては、本発明による省エネルギー効果が期待できる。

【0042】ディスプレイへの応用では、アクティブマトリクス方式であるTFT駆動回路を用いて駆動する方法が考えられる。

【0043】以下、図4~6を参照して、本発明の素子において、アクティブマトリクス基板を用いた例について説明する。

【0044】図4は、EL素子と駆動手段を備えたパネルの構成の一例を模式的に示したものである。パネルには、走査信号ドライバー、情報信号ドライバー、電流供給源が配置され、それぞれゲート選択線、情報信号線、電流供給線に接続される。ゲート選択線と情報信号線の交点には図5に示す画素回路が配置される。走査信号ドライバーは、ゲート選択線G1、G2、G3... Gnを順次選択し、これに同期して情報信号ドライバーから

画像信号が印加される。

【0045】次に画素回路の動作について説明する。この画素回路においては、ゲート選択線に選択信号が印加されると、TFT1がONとなり、Caddに画像信号が供給され、TFT2のゲート電位を決定する。EL素子には、TFT2のゲート電位に応じて、電流供給線より電流が供給される。TFT2のゲート電位は、TFT1が次に走査選択されるまでCaddに保持されるため、EL素子には次の走査が行われるまで流れつづける。これにより1フレーム期間常に発光させることが可能となる。

【0046】図6は、本発明で用いられるTFT基板の断面構造の一例を示した模式図である。ガラス基板上にp-Si層が設けられ、チャネル、ドレイン、ソース領域にはそれぞれ必要な不純物がドーピングされる。この上にゲート絶縁膜を介してゲート電極が設けられると共に、上記ドレイン領域、ソース領域に接続するドレイン電極、ソース電極が形成されている。これらの上に絶縁

層、及び画素電極としてITO電極を積層し、コンタクトホールにより、ITOとドレイン電極が接続される。

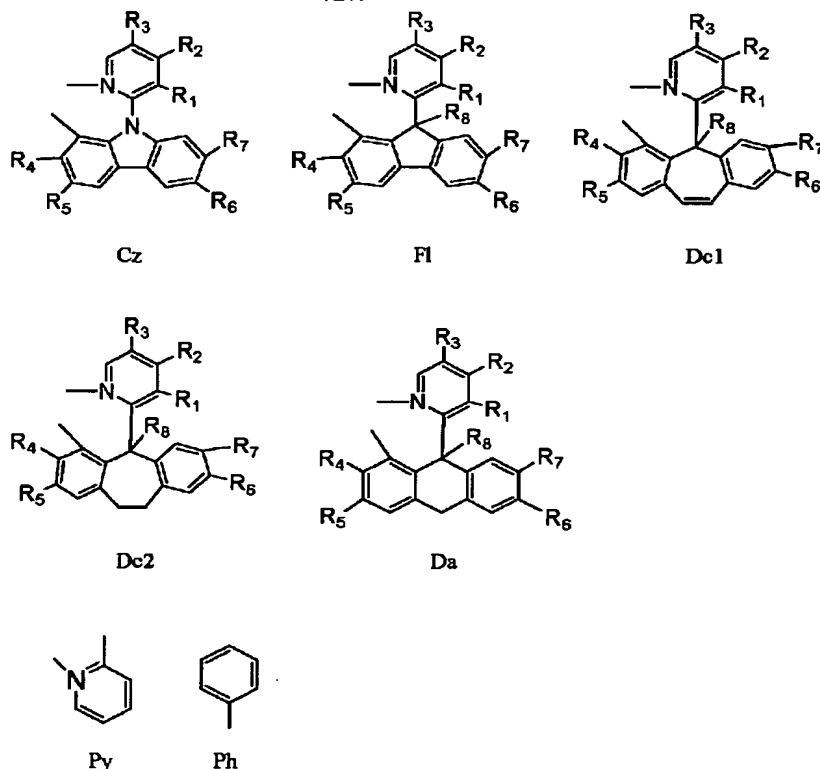
【0047】本発明は、スイッチング素子に特に限定はなく、単結晶シリコン基板やMIM素子、a-Si型等でも容易に応用することができる。

【0048】上記ITO電極の上に多層あるいは単層の有機EL層／陰極層を順次積層し有機EL表示パネルを得ることができる。本発明の発光材料を発光層に用いた表示パネルを駆動することにより、良好な画質で、長時間表示にも安定な表示が可能になる。

【0049】以下本発明に用いられる金属配位化合物の具体的な構造式を表1から表7に示す。但し、これらは、代表例を例示しただけで、本発明は、これに限定されるものではない。表1～表7に使用している略記は以下に示した構造を表している。

【0050】

【化6】



【0051】

【表1】

No	M	m	n	L	L							
					R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈
1	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-
2	Ir	3	0	Cz	H	CH ₃	H	H	H	H	H	-
3	Ir	3	0	Cz	H	H	CH ₃	H	H	H	H	-
4	Ir	3	0	Cz	H	CF ₃	H	H	H	H	H	-
5	Ir	3	0	Cz	H	H	CF ₃	H	H	H	H	-
6	Ir	3	0	Cz	H	F	H	H	H	H	H	-
7	Ir	3	0	Cz	H	H	F	H	H	H	H	-
8	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	CF ₃	CF ₃	H	-
9	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	H	-
10	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	-
11	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	H	-
12	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	H	-
13	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	H	-
14	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	(CH ₃) ₃ C	(CH ₃) ₃ C	H	-
15	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	F	F	H	-
16	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	Ph	Ph	H	-
17	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	CH ₃ O	CH ₃ O	H	-
18	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	C ₂ H ₅ O	C ₂ H ₅ O	H	-
19	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	C ₈ H ₁₃ O	C ₈ H ₁₃ O	H	-
20	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	CF ₃ O	CF ₃ O	H	-
21	Ir	3	0	Cz	H	H	H	CH ₃	H	H	CH ₃	-
22	Ir	3	0	Cz	CH ₃	H	H	H	H	H	H	-
23	Ir	3	0	Cz	H	CF ₃	H	H	CF ₃	CF ₃	H	-
24	Ir	3	0	Cz	H	H	F	H	CF ₃	CF ₃	H	-
25	Ir	3	0	Cz	H	CH ₃	H	H	CF ₃ O	CF ₃ O	H	-
26	Ir	3	0	Cz	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	-
27	Ir	3	0	Cz	H	H	H	CF ₃	CF ₃	CF ₃	CF ₃	-
28	Ir	3	0	Cz	H	H	CF ₃	CF ₃	CF ₃	CF ₃	CF ₃	-
29	Ir	3	0	Cz	H	H	H	F	F	F	F	-
30	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	C ₄ F ₉	C ₄ F ₉	H	-
31	Ir	3	0	Cz	H	H	H	CH ₃	H	H	H	-
32	Ir	3	0	Cz	H	H	H	H	CH ₃	H	H	-
32	Ir	3	0	Cz	H	H	H	CH ₃	H	CH ₃	H	-

【0052】

【表2】

No	M	m	n	L	L							
					R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈
33	Ir	3	0	Fl	H	H	H	H	H	H	H	H
34	Ir	3	0	Fl	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃
35	Ir	3	0	Fl	H	H	H	H	H	H	H	C ₂ H ₅
36	Ir	3	0	Fl	H	H	H	H	H	H	H	C ₄ H ₉
37	Ir	3	0	Fl	H	H	H	H	H	H	H	C ₈ H ₁₇
38	Ir	3	0	Fl	H	H	H	H	H	H	H	Ph
39	Ir	3	0	Fl	H	CH ₃	H	H	H	H	H	CH ₃
40	Ir	3	0	Fl	H	H	CH ₃	H	H	H	H	CH ₃
41	Ir	3	0	Fl	H	CF ₃	H	H	H	H	H	CH ₃
42	Ir	3	0	Fl	H	H	CF ₃	H	H	H	H	CH ₃
43	Ir	3	0	Fl	H	F	H	H	H	H	H	CH ₃
44	Ir	3	0	Fl	H	H	F	H	H	H	H	CH ₃
45	Ir	3	0	Fl	CH ₃	H	H	H	H	H	H	CH ₃
46	Ir	3	0	Fl	H	H	H	CF ₃	H	H	CF ₃	H
47	Ir	3	0	Fl	H	H	H	CF ₃	H	H	CF ₃	CH ₃
48	Ir	3	0	Fl	H	H	H	CF ₃	H	H	CF ₃	Ph
49	Ir	3	0	Fl	H	H	H	CH ₃	H	H	CH ₃	CH ₃
50	Ir	3	0	Fl	H	H	H	C ₂ H ₅	H	H	C ₂ H ₅	CH ₃
51	Ir	3	0	Fl	H	H	H	C ₃ H ₇	H	H	C ₃ H ₇	CH ₃
52	Ir	3	0	Fl	H	H	H	C ₄ H ₉	H	H	C ₄ H ₉	CH ₃
53	Ir	3	0	Fl	H	H	H	C ₆ H ₁₃	H	H	C ₆ H ₁₃	CH ₃
54	Ir	3	0	Fl	H	H	H	(CH ₃) ₃ C	H	H	(CH ₃) ₃ C	CH ₃
55	Ir	3	0	Fl	H	H	H	F	H	H	F	CH ₃
56	Ir	3	0	Fl	H	H	H	F	H	H	F	Ph
57	Ir	3	0	Fl	H	H	H	Ph	H	H	Ph	CH ₃
58	Ir	3	0	Fl	H	H	H	CH ₃ O	H	H	CH ₃ O	CH ₃
59	Ir	3	0	Fl	H	H	H	C ₂ H ₅ O	H	H	C ₂ H ₅ O	CH ₃
60	Ir	3	0	Fl	H	H	H	C ₆ H ₁₃ O	H	H	C ₆ H ₁₃ O	CH ₃
61	Ir	3	0	Fl	H	H	H	CF ₃ O	H	H	CF ₃ O	CH ₃
62	Ir	3	0	Fl	H	H	H	CH ₃	H	H	CH ₃	H
63	Ir	3	0	Fl	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃
64	Ir	3	0	Fl	H	H	H	H	CF ₃	CF ₃	H	CH ₃
65	Ir	3	0	Fl	H	H	F	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
66	Ir	3	0	Fl	H	H	H	CF ₃	CF ₃	CF ₃	CF ₃	CH ₃
67	Ir	3	0	Fl	H	H	CF ₃	CF ₃	CF ₃	CF ₃	CF ₃	Ph

【0053】

【表3】

No	M	m	n	L	L							
					R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈
68	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	H	H	H	H	H
69	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃
70	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	H	H	H	H	Ph
71	Ir	3	0	Dc1	H	H	CH ₃	H	H	H	H	CH ₃
72	Ir	3	0	Dc1	H	CF ₃	H	H	H	H	H	CH ₃
73	Ir	3	0	Dc1	H	F	H	H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃
74	Ir	3	0	Dc1	H	H	F	CF ₃	H	H	CF ₃	CH ₃
75	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	H	CF ₃ O	CF ₃ O	H	CH ₃
76	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	H	F	F	H	CH ₃
77	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	(CH ₃) ₃ C	H	H	(CH ₃) ₃ C	CH ₃
78	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	CH ₃ O	H	H	CH ₃ O	H
79	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
80	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	F	H	H	F	Ph
81	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	H	C ₅ H ₁₁	C ₅ H ₁₁	H	CH ₃
82	Ir	3	0	Dc1	H	H	H	H	CF ₃ O	CF ₃ O	H	Ph

【0054】

【表4】

21

22

No	M	m	n	L	L							
					R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈
83	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	H	H	H	H	H
84	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃
85	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	H	H	H	H	Ph
86	Ir	3	0	Dc2	H	H	CH ₃	H	H	H	H	CH ₃
87	Ir	3	0	Dc2	H	CF ₃	H	H	H	H	H	CH ₃
88	Ir	3	0	Dc2	H	F	H	H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃
89	Ir	3	0	Dc2	H	H	F	CF ₃	H	H	CF ₃	CH ₃
90	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	H	CF ₃ O	CF ₃ O	H	CH ₃
91	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	H	F	F	H	CH ₃
92	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	(CH ₃) ₃ C	H	H	(CH ₃) ₃ C	CH ₃
93	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	CH ₃ O	H	H	CH ₃ O	H
94	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
95	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	F	H	H	F	Ph
96	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	H	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	H	CH ₃
97	Ir	3	0	Dc2	H	H	H	H	CF ₃ O	CF ₃ O	H	Ph

【 0 0 5 5 】

【表 5】

No	M	m	n	L	L							
					R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈
98	Ir	3	0	Da	H	H	H	H	H	H	H	H
99	Ir	3	0	Da	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃
100	Ir	3	0	Da	H	H	H	H	H	H	H	Ph
101	Ir	3	0	Da	H	H	CH ₃	H	H	H	H	CH ₃
102	Ir	3	0	Da	H	CF ₃	H	H	H	H	H	CH ₃
103	Ir	3	0	Da	H	F	H	H	CH ₃	CH ₃	H	CH ₃
104	Ir	3	0	Da	H	H	F	CF ₃	H	H	CF ₃	CH ₃
105	Ir	3	0	Da	H	H	H	H	CF ₃ O	CF ₃ O	H	CH ₃
106	Ir	3	0	Da	H	H	H	H	F	F	H	CH ₃
107	Ir	3	0	Da	H	H	H	(CH ₃) ₃ C	H	H	(CH ₃) ₃ C	CH ₃
108	Ir	3	0	Da	H	H	H	CH ₃ O	H	H	CH ₃ O	H
109	Ir	3	0	Da	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
110	Ir	3	0	Da	H	H	H	F	H	H	F	Ph
111	Ir	3	0	Da	H	H	H	H	C ₇ H ₁₅	C ₇ H ₁₅	H	CH ₃
112	Ir	3	0	Da	H	H	H	H	CF ₃ O	CF ₃ O	H	Ph

【 0 0 5 6 】

30 【表 6】

No	M	m	n	L	L								L'			
					R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈	G	G'	J	X'
113	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	CH ₃	CH ₃	H	-
114	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	CH ₃	CH ₃	CH ₃	-
115	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	-	-	-	Py
116	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	-
117	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	C ₂ H ₇	C ₂ H ₇	H	-
118	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	H	-
119	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	C ₈ H ₁₇	C ₈ H ₁₇	H	-
120	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	(CH ₂) ₃ C	(CH ₂) ₃ C	H	-
121	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	Ph	Ph	H	-
122	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	CF ₃	CF ₃	H	-
123	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	CF ₃	CH ₃	H	-
124	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	CF ₃	CF ₃	H	-	CH ₃	CH ₃	H	-
125	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	H	-	CH ₃	CH ₃	H	-
126	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	(CH ₂) ₃ C	(CH ₂) ₃ C	H	-	CH ₃	CH ₃	H	-
127	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	F	F	H	-	CH ₃	CH ₃	H	-
128	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	CH ₃ O	CH ₃ O	H	-	CH ₃	CH ₃	H	-
129	Ir	2	1	Cz	H	H	H	H	CF ₃ O	CF ₃ O	H	-	CH ₃	CH ₃	H	-
130	Ir	2	1	Cz	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	-	CH ₃	CH ₃	H	-
131	Ir	2	1	Cz	H	H	H	CF ₃	CF ₃	CF ₃	CF ₃	-	CH ₃	CH ₃	H	-
132	Ir	2	1	Cz	H	H	H	F	F	F	F	-	CH ₃	CH ₃	H	-
133	Ir	2	1	Dc1	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	-
134	Ir	2	1	Dc1	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	-	-	-	Py
135	Ir	2	1	Dc2	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	-
136	Ir	2	1	Da2	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	-	-	-	Py
137	Ir	2	1	Da	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	-
138	Ir	2	1	Da	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	-	-	-	Py

【0057】

【表7】

No	M	m	n	L	L								L'			
					R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇	R ₈	G	G'	J	X'
139	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	H	-
140	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	-
141	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	-
142	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	-	-	-	Py
143	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	H	-
144	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	C ₈ H ₁₇	CH ₃	CH ₃	H	-
145	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	Ph	CH ₃	CH ₃	H	-
146	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	C ₈ H ₁₃	C ₈ H ₁₃	H	-
147	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	(CH ₂) ₃ C	(CH ₂) ₃ C	H	-
148	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	Ph	Ph	H	-
149	Ir	2	1	Fl	H	H	H	H	CF ₃	H	CF ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	-
150	Pt	2	0	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	-	-	-	-
151	Pt	2	0	Fl	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	-	-	-	-
152	Pt	1	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	CH ₃	CH ₃	H	-
153	Pt	1	1	Fl	H	H	H	H	H	H	H	CH ₃	CH ₃	CH ₃	H	-
154	Pt	1	1	Cz	H	H	H	H	H	H	H	-	-	-	-	Py

【0058】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明する。但し、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0059】＜実施例1＞例示化合物113の合成
①2-（9H-カルバゾール-9-イル）-ピリジンの合成

反応容器にカルバゾール18.8g（111mmol）、2-ヨードピリジン25g（122mmol）、炭酸カリウム23g（167mmol）、銅粉7g（111mmol）、o-ジクロロベンゼン（ODC）50mlを仕込み、180℃で24時間攪拌を行った。反応物を室温まで冷却してトルエン100mlを注入し、沈殿物を濾取した。濾液を濃縮した後、クロロホルムを溶離液としたシリカゲルカラムクロマトで精製を行った。

ヘキサン-エタノール溶液で再結晶を行い、2-（9H-カルバゾール-9-イル）-ピリジン9.8g（40mmol、収率36%）を得た。

【0060】②テトラキス〔2-（9H-カルバゾール-9-イル）-ピリジン-C', N〕（μ-ジクロロ）ジイリジウム（III）の合成

200mlの3つ口フラスコに塩化イリジウム（III）・3水和物0.58g（1.64mmol）、2-（9H-カルバゾール-9-イル）-ピリジン1.01g（4mmol）、エトキシエタノール45mlと水15mlを入れ、窒素気流下室温で30分間攪拌し、その後24時間還流攪拌した。反応物を室温まで冷却し、沈殿物を濾取水洗後、エタノールおよびアセトンで順次洗浄した。室温で減圧乾燥し、テトラキス〔2-（9H-カルバゾール-9-イル）-ピリジン-C', N〕（μ

ージクロロ) ジイリジウム (I I I) の粉末 1. 05 g (収率 90%) を得た。

【0061】③ビス [2- (9H-カルバゾール-9-イル) -ピリジン-C', N] (アセチルアセトナト) イリジウム (I I I) (例示化合物 113) の合成
200 ml の 3 つ口フラスコにエトキシエタノール 70 ml、テトラキス [2- (9H-カルバゾール-9-イル) -ピリジン-C', N] (μ -ジクロロ) ジイリジウム (I I I) 1. 03 g (0. 72 mmol)、アセチルアセトン 0. 22 g (2. 10 mmol) と炭酸ナトリウム 1. 04 g (9. 91 mmol) を入れ、窒素気流下室温で 1 時間攪拌し、その後 15 時間還流攪拌した。反応物を氷冷し、沈殿物を濾取水洗した。この沈殿物をシリカゲルカラムクロマト (溶離液: クロロホルム/メタノール: 30/1) で精製し、ビス [2- (9H-カルバゾール-9-イル) -ピリジン-C', N]

(アセチルアセトナト) イリジウム (I I I) (例示化合物 No. 113) の粉末 0. 70 g (収率 62%) を得た。MALDI-TOF MS によりこの化合物の M^+ である 778. 2 を確認した。

【0062】<実施例 2>例示化合物 1 の合成
100 ml の 3 つ口フラスコに、実施例 1 と同様にして合成した 2- (9H-カルバゾール-9-イル) -ピリジン 0. 31 g (1. 25 mmol)、実施例 1 と同様にして合成したビス [2- (9H-カルバゾール-9-イル) -ピリジン-C', N] (アセチルアセトナト) イリジウム (I I I) 0. 399 g (0. 5 mmol) とグリセロール 25 ml を入れ、窒素気流下 180℃ 付近で 8 時間加熱攪拌した。反応物を室温まで冷却して水 150 ml に注入し、沈殿物を濾取・水洗し、100℃ で 5 時間減圧乾燥した。この沈殿物をクロロホルムを溶離液としたシリカゲルカラムクロマトで精製し、トリス [2- (9H-カルバゾール-9-イル) -ピリジン-C', N] イリジウム (I I I) (例示化合物 No. 1) の粉末 0. 20 g (収率 44%) を得た。MALDI-TOF MS によりこの化合物の M^+ である 922. 2 を確認した。

【0063】<実施例 3>例示化合物 140 の合成
① 2- (9-メチル-9H-フルオレン-9-イル) -ピリジンの合成

反応容器にフルオレン 13. 6 g (82 mmol)、乾燥テトラヒドロフラン (THF) 200 ml を仕込み、窒素気流下 -60℃ に冷却を行った。1. 6 M の n -ブチルリチウム (n BuLi) 51. 2 ml (82 mmol) をゆっくりと滴下した後、0℃ で 1 時間攪拌を行った。再び、-60℃ に冷却を行った後、2-ヨードピリジン 16. 8 g (82 mmol) の乾燥 THF 20 ml 溶液をゆっくりと滴下した後、10℃ で 1 時間攪拌を行った。再び、-60℃ に冷却を行った後、1. 6 M の n BuLi 51. 2 ml (82 mmol) をゆっくりと滴

下した後、0℃ で 1 時間攪拌を行った。再び、-60℃ に冷却を行った後、2-ヨードピリジン 11. 6 g (82 mmol) の乾燥 THF 20 ml 溶液をゆっくりと滴下した後、10℃ で 2 時間攪拌を行った。反応溶液を氷水に注入し、トルエンで抽出を行った。有機層を水で洗浄した後、硫酸マグネシウムで乾燥した。有機層を濃縮した後、トルエン/THF (10/1) を溶離液としたシリカゲルカラムクロマトで精製を行った。エタノール溶液で再結晶を行い、2- (9-メチル-9H-フルオレン-9-イル) -ピリジン 6. 5 g (25 mmol、収率 31%) を得た。

【0064】②ビス [2- (9-メチル-9H-フルオレン-9-イル) -ピリジン-C', N] (アセチルアセトナト) イリジウム (I I I) (例示化合物 140) の合成

2- (9H-カルバゾール-9-イル) -ピリジンの代わりに 2- (9-メチル-9H-フルオレン-9-イル) -ピリジンを用いる以外は実施例 1③の反応と同様にしてビス [2- (9-メチル-9H-フルオレン-9-イル) -ピリジン-C', N] (アセチルアセトナト) イリジウム (I I I) (例示化合物 140) を合成した。MALDI-TOF MS によりこの化合物の M^+ である 776. 2 を確認した。

【0065】<実施例 4>例示化合物 34 の合成
2- (9H-カルバゾール-9-イル) -ピリジンの代わりに 2- (9-メチル-9H-フルオレン-9-イル) -ピリジンを、ビス [2- (9H-カルバゾール-9-イル) -ピリジン-C', N] (アセチルアセトナト) イリジウム (I I I) の代わりにビス [2- (9-メチル-9H-フルオレン-9-イル) -ピリジン-C', N] (アセチルアセトナト) イリジウム (I I I) を用いる以外は実施例 2 と同様にしてトリス 2- (9-メチル-9H-フルオレン-9-イル) -ピリジン-C', N] イリジウム (I I I) (例示化合物 34) を合成した。MALDI-TOF MS によりこの化合物の M^+ である 961. 3 を確認した。

【0066】<実施例 5~8>本実施例では、素子構成として、図 1 (c) に示す有機層が 4 層の素子を使用した。ガラス基板 (透明基板 15) 上に 100 nm の ITO (透明電極 14) をパターニングした。その ITO 基板上に、以下の有機層と電極層を 10^{-4} Pa の真空チャンバー内で抵抗加熱による真空蒸着して連続製膜し、対向する電極面積が 3 mm² になるようにした。

有機層 1 (ホール輸送層 13) (40 nm): α -NPD

有機層 2 (発光層 12) (30 nm): CBP: 所定の金属配位化合物 (重量比 8 重量%)

有機層 3 (励起子拡散防止層 17) (10 nm) BCP

有機層 4 (電子輸送層 16) (30 nm): Alq3

金属電極層 1 (15 nm): AlLi 合金 (Li 含有量

1. 8重量%)

金属電極層 2 (100 nm) : Al

【0067】配位化合物としては、No. 1、No. 34、No. 113およびNo. 140の化合物を用いた。

【0068】EL素子の特性は、電流電圧特性をヒューレッドパッカード社製・微小電流計4140Bで測定し、発光輝度は、トプコン社製BM7で測定した。本実施例の各配位化合物に対応する素子はそれぞれ良好な整流性を示した。

【0069】電圧12V印加時に、本EL素子からの発光を確認した。発光はそれぞれ、

実施例5 (化合物No. 1) の素子: 1000 cd/m²、

実施例6 (化合物No. 34) の素子: 950 cd/m²、

実施例7 (化合物No. 113) の素子: 900 cd/m²、

実施例8 (化合物No. 140) の素子: 900 cd/m²、

であった。

【0070】これらの配位化合物の発光特性を知るために、溶液の発光スペクトルを測定した。分光蛍光光度計 (日立製: F4500) を用い、配位化合物のトルエン溶液に350 nm前後の励起光を当てて発光スペクトルを測定した。発光スペクトルは、ほぼ電圧印加時のEL素子のスペクトルの値と合致し、EL素子の発光が配位化合物からの発光であることが確認された。

【0071】また、これらの素子に電圧を印加すると安定した効率の高い発光が得られ、100時間連続して通電しても安定した発光が得られた。

【0072】＜実施例9＞次の手順で図2に示す単純マトリクス型有機EL素子を作成した。

【0073】縦75mm、横75mm、厚さ1.1mmのガラス基板21上に透明電極22 (陽極側) として約100 nm厚のITO膜をスパッタ法にて形成後、単純マトリクス電極としてLINE/SPACE=100 μm/40 μmの間隔で100ラインをパターンニングした。次に実施例5と同じ有機材料を用いて、同様の条件で4層からなる有機化合物層23を作成した。

【0074】続いて、マスク蒸着にて、LINE/SP

ACE=100 μm/40 μmで50ラインの金属電極をITO電極22に直交するように真空度 2.7×10^{-3} Pa (2×10^{-3} Torr) の条件下で真空蒸着法にて成膜した。金属電極 (陰極24) はAl-Li合金 (Li: 1.3 wt%) を膜厚10 nm、つづいてAl-Li層上にAlを150 nmで形成した。

【0075】この100×100の単純マトリクス型有機EL素子を窒素雰囲気で満たしたグローブボックス中にて図3のような10Vの走査信号、±4Vの情報信号によって、6Vから14Vの間で、単純マトリクス駆動をおこなった。フレーム周波数30 Hzでインターレス駆動したところ、滑らかな動画像が確認できた。

【0076】

【発明の効果】以上説明のように、前記一般式(1)で示される金属配位化合物を発光中心材料に用いた本発明の発光素子は、高効率発光のみならず、長い期間高輝度を保ち、優れた素子である。また、本発明の発光素子は表示素子としても優れている。

【図面の簡単な説明】

20 【図1】本発明の発光素子の一例を示す図である。

【図2】実施例9の単純マトリクス型有機EL素子を示す図である。

【図3】実施例9の駆動信号を示す図である。

【図4】EL素子と駆動手段を備えたパネルの構成の一例を模式的に示した図である。

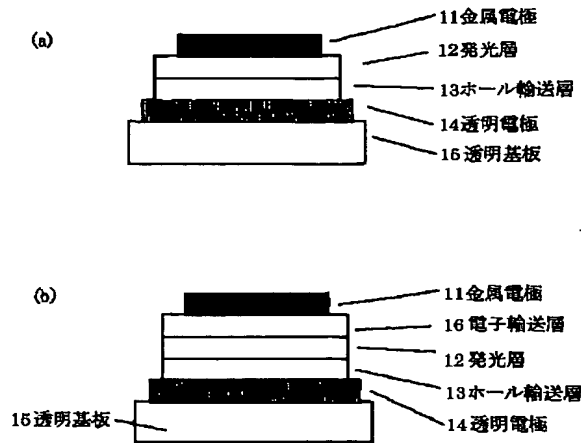
【図5】画素回路の一例を示す図である。

【図6】TFT基板の断面構造の一例を示した模式図である。

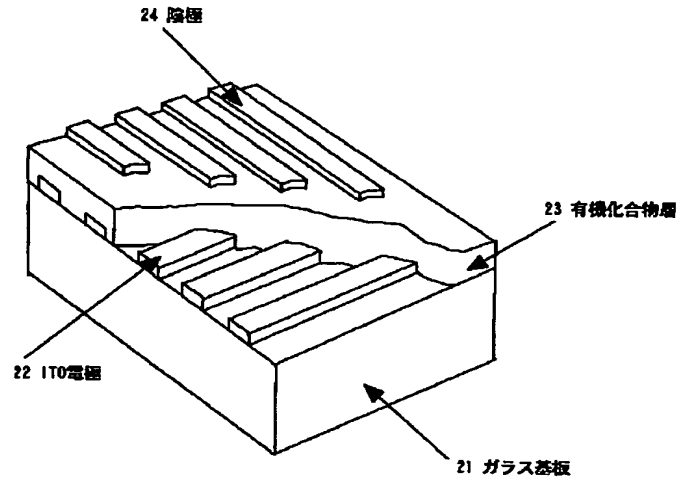
【符号の説明】

- | | |
|----|--------------|
| 11 | 金属電極 |
| 12 | 発光層 |
| 13 | ホール輸送層 |
| 14 | 透明電極 |
| 15 | 透明基板 |
| 16 | 電子輸送層 |
| 17 | 励起子拡散防止層 |
| 21 | ガラス基板 |
| 22 | ITO電極 (透明電極) |
| 23 | 有機化合物層 |
| 24 | 陰極 |

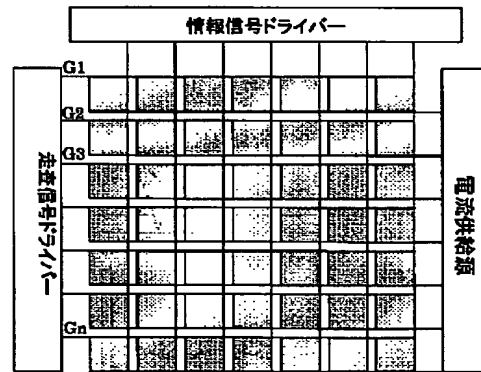
【図 1】



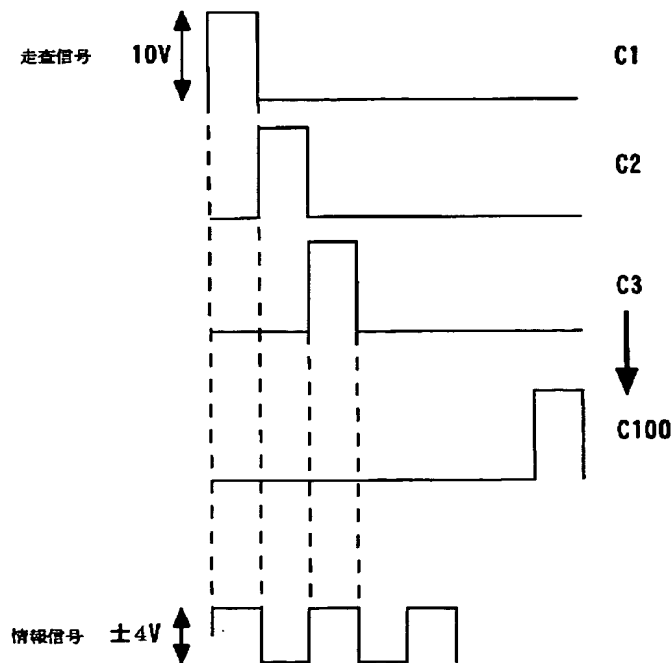
【図 2】



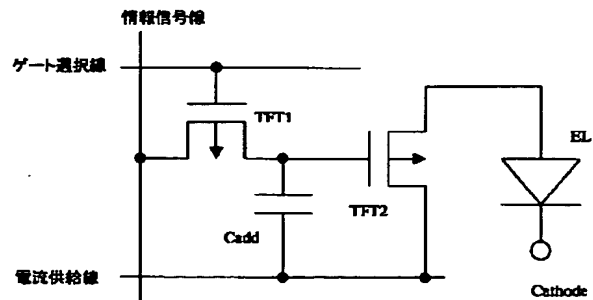
【図 4】



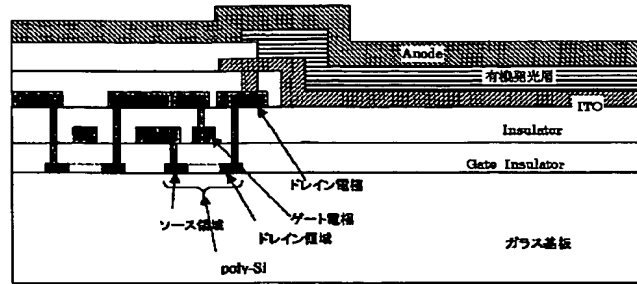
【図 3】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

(72)発明者 鎌谷 淳
東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 キヤ
ノン株式会社内
(72)発明者 岡田 伸二郎
東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 キヤ
ノン株式会社内
(72)発明者 坪山 明
東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 キヤ
ノン株式会社内

(72)発明者 三浦 聖志
東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 キヤ
ノン株式会社内
(72)発明者 森山 孝志
東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 キヤ
ノン株式会社内
(72)発明者 岩脇 洋伸
東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 キヤ
ノン株式会社内

F ターム(参考) 3K007 AB02 AB03 DB03
4H050 AA01 AA03 AB91 WB11 WB13
WB21